

007701871
WPI Acc No: 1988-335803/*198847*
XRAM Acc No: C88-148623
XRPX Acc No: N88-254432

**Magnetic toner - prep'd. by suspension polymerising monomer composite
contg. polymerisable monomer and magnetic member treated with silane
coupling agent**

Patent Assignee: CANON KK (CANO)
Number of Countries: 001 Number of Patents: 001
Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 63250660	A	19881018	JP 8784866	A	19870408	198847 B

Priority Applications (No Type Date): JP 8784866 A 19870408

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 63250660	A		16		

Abstract (Basic): JP 63250660 A

Prepn. of magnetic toner comprises suspension polymerisation of monomer composite having at least polymerisable monomer and magnetic member. The magnetic member has 0.05-1.5 wt.% of silicon to iron-element, and is treated with silane coupling agent. Pref. the agent is gamma-chloropropyltrimethoxy-, gamma-mercaptopropyl, trimethoxy, methyltri(m)ethoxy, vinyl triacetoxy, or vinyl trimethoxy silane, etc. 0.1-10% (0.5-5% pref.) of the agent is used to 100% of magnetic member. The magnetic member is ferromagnetic element, alloy or cpd. having ferromagnetic element, partic. the ferromagnetic element, having specific amt. of silicon pref. e.g. iron such as magnetite, ferrite, etc. alloy or cpd. e.g. cobalt, nickel, manganese, etc.

USE/ADVANTAGE - Magnetic toner with improved dispersing property of magnetic member, and developing property, can be obtd.

0/0

Title Terms: MAGNETIC; TONER; PREPARATION; SUSPENSION; POLYMERISE; MONOMER; COMPOSITE; CONTAIN; POLYMERISE; MONOMER; MAGNETIC; MEMBER; TREAT; SILANE; COUPLE; AGENT

Derwent Class: A89; G08; P84; S06

International Patent Class (Additional): G03G-009/08

File Segment: CPI; EPI; EngPI

Manual Codes (CPI/A-N): A10-B05; A12-L05C2; G06-G05

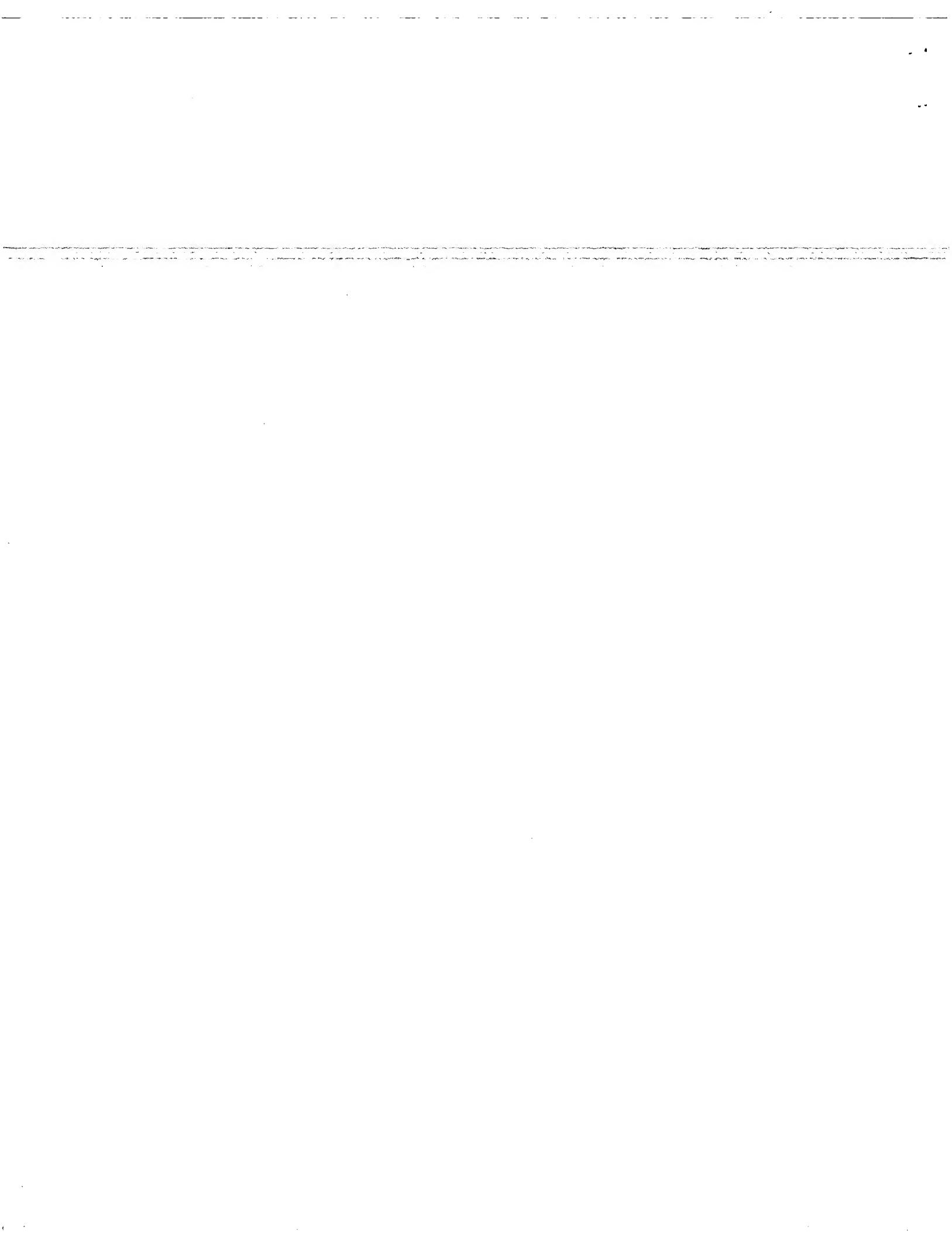
Manual Codes (EPI/S-X): S06-A04C1

Plasdoc Codes (KS): 0008 0205 0206 0211 0231 2307 2432 2439 2440 3252 2728
2729 2808

Polymer Fragment Codes (PF):

001 014 031 04- 229 303 42- 431 438 445 47& 477 54& 546 597 600 658 659
725

Derwent Registry Numbers: 5093-U; 5254-U; 5255-U; 5399-U; 5402-U



⑫ 公開特許公報 (A)

昭63-250660

⑬ Int.Cl.⁴

G 03 G 9/08

識別記号

302

庁内登録番号

7265-2H

⑭ 公開 昭和63年(1988)10月18日

検索請求 未請求 発明の数 1 (全16頁)

⑮ 発明の名称 磁性トナー

⑯ 特願 昭62-84866

⑰ 出願 昭62(1987)4月8日

⑮ 発明者 兵主 審彦 京都府大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
 ⑯ 発明者 池田 武志 京都府大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
 ⑰ 発明者 篠裕美 京都府大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
 ⑯ 出願人 キヤノン株式会社 京都府大田区下丸子3丁目30番2号
 ⑯ 代理人 弁理士 猪瀬 章雄 外2名

明細書

1. 発明の名称

磁性トナー

2. 特許請求の範囲

少なくとも磁性顕微粒子と、磁性体とを含む顕微粒子顕微粒子を組合してなるトナーであって、

該顕微粒子が、成形品を色印としてケイ化アルミニウムを0.05～1.5質量%含有し、且フジタンカッティング剤で処理された顕微粒子からなることを特徴とする磁性トナー。

3. 発明の詳細な説明

技術分野

本発明は、電子写真法、熱電記録法、熱風記録法等において用いられる磁性トナーに関する。

背景技術

従来、電子写真法としては、特許出願第2,297,681号(明公昭42-233910号公刊)及び特公昭43-24749号公刊(特出第4,071,381号明公)等に記載され

ている如く、多段の方法が知られている。

この電子写真法は、一般には、充満電気的潜伏を利用して、色々の手段により曝光体上に電気的潜伏を形成し、次いで顕微粒子をトナーで顕微を行なって可視化とし、各段に応じて、該各の段写真にトナー顕微を駆使した後、加熱、圧力等により定着し、複写物を得るのである。

該顕微粒子をトナーを用いて可視化する段階方法も色々知られている。例えば特出第2,874,063号明公に記載されている電風ブラシ法、同第2,818,982号明公に記載されているカスケード風扇法、及び同第2,321,776号明公に記載されているバクダーケタクド法、ファーブラシ風扇法、磁体風扇法等、多段の段階法が知られている。これらの段階法において、特にトナー及びキャリアを主体とする段階法を用いる電風ブラシ法、カスケード法、磁体風扇法などが広く実用化されている。これらの方法は、いずれも比較的安定に段写真を与える優れた方法があるが、その反面、キャリアの劣化、トナーとキャリ

が提案されている。この懸濁重合法においては、重合性モノマー、磁性体の着色剤（更に、必要に応じて重合開始剤、架橋剤、荷電制御剤、その他の添加剤）を均一に溶解又は分散せしめた単量体系（単量体組成）を、懸濁安定剤を含有する水相（すなわち通常相）中に投入し、懸持下に、重合・沈殿する。

この重合法においては、粉体工場が全く含まれないため、トナーに磁性は必要ではなく、また得られたトナーの形状も球形であるために、運動性に優れるという利点がある。

しかしながら、磁性体は一般的に親水性であるために、重合性モノマー（既して親油性を示す）への均一な分散は困難であり、また、生成した重合トナー自体の粒度分布もプロードとなるため、磁性体含有量の少ないトナー粒子や、磁性体含有量の多いトナー粒子の生成が見られ、かぶりの増大、画像濃度の低下等の原因となっている。

磁性体中に分散、懸濁するに際し、例えば高速回転するターピンヒステーターとを有するホモミキサー、ホモグナイサー等を使用すると、磁性体含有量の異なった被膜（単量体組成物粒子）が生成し、時には磁性体含有量の非常に少ない被膜も生成し、結果的にプロードな粒度分布を有する重合トナーしか得られなかったものと考えられる。

この様に、磁性体の含有量の異なったトナー粒子を含む磁性トナーは、各磁性トナーの摩擦電電荷が極端に異なるため、現像剤のコーティングの均一性や現像容易性に影響を与え、追随耐久等によって、画像濃度の低下や画質の劣化をもたらしていたと推定される。

発明の目的

本発明の目的は以上の如き問題点を解決した磁性トナーを提供することにある。

本発明の他の目的は、磁性体の分散性が良好で運動性に優れた磁性トナーを提供することにある。

例えば、特開昭55-28019号公報、特開昭57-61271号公報では、チタンカップリング剤で磁性を処理する方法、特開56-9153号公報ではシランカップリング剤で磁性体を処理する方法が開示されている。

しかしながら、これら従来の方法によれば、未だ重合トナー中の好ましい磁性体の分散性は得られていない。

本発明者らの検討によれば、本に代表される媒体中に実質的に非相溶性の重合性単量体系を分散、懸濁させて磁性トナー粒子を得る方法においては、該重合性単量体系中の磁性体の分散が非常に重要となる。

この点に関して、従来の懸濁重合法によりトナーを製するに際し、單にシランカップリング剤で処理した磁性体を重合性単量体中に分散させた場合、単量体組成物中における磁性体の分散が不均一であったため、重合性単量体組成物を水性分散

発明の概要

本発明者は脱毛研究の結果、従来の磁性体処理法において処理磁性体の好ましい分散性が得られなかつたのは、磁性体表面の改質に実際に寄与する処理剤の割合が低かったためであることを知見し、更には、磁性体に特定量のSi元素を含有させることができ、該磁性体の磁気特性を低下させることなく、かえって、シランカップリング剤との組合せにおいて、その表面改質効果を著しく高めるとともに、重合トナー中における磁性体の分散性を著しく向上させ、上記目的の達成に極めて効果的であることを見出した。

本発明の磁性トナーは、このようないくつかものであり、より詳しくは、少なくとも重合性単量体と、磁性体とを含む単量体組成物を懸濁重合してなるトナーであつて：前記磁性体が、鉄元素を基準としてケイ素元素を0.05～1.5質量%含有し、且つシランカップリング剤で処理された磁性体からなることを指とするものである。

本発明のトナーにおいて図示した効果が達成される理由は、必ずしも明確ではないが、本発明者の知見によれば、以下のように推定される。

すなわち、既存の団性体トナー図追方法において、例えばテタンカップリング剤を用いた場合、一層にテタンカップリング剤は団性体を含む大部分の表面層体に対して良好な適応性を示し、固体の有口層体に対する分散性向上に対してかなり効果がある。しかしながら、このテタンカップリング剤の反応は可逆的であり、例えば、テタンカップリング剤が団性体表面から離れるため団性体の分散性低下が生ずる。かかる場合を防止するために、一層内には、テタンカップリング剤を少々に使用し、このような分散性の低下を防ぐことが行なわれている。しかしながら、この方法は、コストが高くなるのみならず、トナーの活性度に悪影響を与える懸念があるため、好ましくない。

一方、本性の特性から既存技術への移行が少ないとみ、団性体の表面内での均一分散性に凸凹、団性体含む層が実質的に均一で、且つ団性体の団性トナーが得られるものと推定される。

以下、本発明を更に詳説する。以下の図において、団比を表わす「D」および「E」は特に示さない限り団比凸凹とする。

団の凸凹的風貌

本発明において、団性体造成物中に含むさせる団性体としては、鏡元団を凸凹としてケイ酸元団を0.03~1.8倍含み、且つシタンカップリング剤でその団が包囲されていることにより、表面の少なくとも一部分が上記シタンカップリング剤に凸凹する適応生成物で団われている団性体を用いる。

本発明におけるカップリング剤と上記団性体との反応においては、前述するように、本に対する該団性体の接触面が上記反応により大きくなることから、反応していることが確認される。

一方、シランカップリング剤は一般に不可逆性の反応を起こし、団性体と反応したシランカップリング剤は、ステレンモノマーのような団性体中で加熱された場合も、団性体表面から離れることはない。しかしながら、このシランカップリング剤は、適応できる団性体の範囲がかなり狭いという欠点を有していた。

これに対して、本発明において用いる特定のケイ酸元団を有する団性体は、シランカップリング剤との組合せにおいて良好な表面改質効果を発現する。これは、本発明で用いる特定の団性体表面に沿屈の分布密度で存在するシラノール基($-Si-OH$)が、団性体自身の團気特性を低下させることなく、しかもシランカップリング剤の官能基と逆説的に、且つ(不可逆的に)強く反応するためと推定される。

本発明においては、このような特定の適応団性体を用いるため、団合性団性体の中における団性体の分散が良好となり、しかも処理剤自身の親水

本発明において、シランカップリング剤としては、公知のもの(例えば鉱石、シリカ、ガラスの表面改質に用いられていたもの)を特に制限なく用いることがで、例えば、

マー(3-アミノエチル)アミノプロピルトリメトキシシラン、

マークリンドキシプロピルトリメトキシシラン、

マー-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、メタルトリメトキシシラン、メタルトリエトキシシラン、

マークロロプロピルメタルクメトキシシラン、

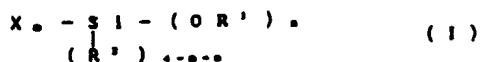
マー-メルカプトプロピルメタルクメトキシシラン、ステアリルトリメトキシシラン、ウフェニルウエトキシシラン、

等を用いることができる。

なお、本発明者の知見によれば、水性液体中で分散、混合させる方法においては、団性体の処理に用いるカップリング剤等の処理剤の官能基の

性質が重要であり、あまりに親水性の強い官能基を有する処理剤を用いることは、これにより処理された磁性体が液滴界面に移行し易く、該処理剤の官能基の性質に基づいて、トナーの摩擦電荷特性が変化するため、好ましくない。

このような点から、本発明において、シランカップリング剤としては、下記一般式(1)で示されるシラン化合物を用いることが好ましい。



上記一般式(1)において、Xはアルキル基(好ましくは、炭素数1~30)又はアルケニル基(好ましくは、炭素数1~30)、又はフェニル基を示すが、これらはメルカブト基、クロル基又はアシルオキシ基で置換されていてもよい。Xにおけるこれらメルカブト基等の置換基の置換位置は、炭素鎖の途中であってもよいが、末端であることが好ましい。

R'はアルキル基(好ましくは炭素数1~30)又はアセチル基を示す。このR'は、

-Si(OR')_nが加水分解によりシラノール基を考えるような基であれば足りる。

R'は、メチル基、エチル基等の炭素数4以下の低級アルキル基を示す。

nは1又は2の整数、nは2又は3の整数であって、3倍n+1又は4の関係を有するものである。

これらのシラン化合物(1)は一般に知られている合成法で合成してもよく、また市販されているシランカップリング剤をそのまま用いてもよい。

本発明に好ましく用いられる上記一般式(1)で示されるシランカップリング剤(1)としては、より具体的には、例えば、

ヤーメタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、

ヤーメルカブトプロピルトリメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、

ビニルトリアセトキシシラン、

ヤーメタクリロプロピルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、

ヤーメタクリロプロピルメチルウメトキシシラン、

ヤーメルカブトプロピルメチルウメトキシシラン、ステアリルトリメトキシシラン、クフェニルウエトキシシラン、等が挙げられる。

本発明において、上述したようなシランカップリング剤は、(未処理)磁性体100部に対して、好ましくは0.1~10部(より好ましくは0.5~5部)用いられる。

このカップリング剤の上記使用量が0.1部未満では、このカップリング剤使用による効果が認められず、一方該使用量が10部を超えると、磁性体との反応に参与しないカップリング剤が生じ易くなるため、好ましくない。

上述したカップリング剤は、必要に応じて、2種以上のシランカップリング剤の組合せとして用いてよい。

以上において、本発明に用いるシランカップリング剤について説明したが、次に、このシランカップリング剤との組合せにおいて好適な分散性を有するケイ素元素含有の磁性体について説明する。

この磁性体としては(シランカップリング剤処理前の状態で)、鉄元素を基準として、ケイ素元素を0.05~1.5%含有する磁性体を用いる。

このケイ素元素含有率が0.05%未満では、シランカップリング剤による処理効果が不充分となり、一方、この含有率が1.5%を超えても、シランカップリング剤による処理において、それ以上の効果が認めない。

本発明に使用する磁性体としては、強磁性の元素、これらを含む合金ないし化合物の粉末であって、その中に一定量のケイ素元素を含有しているものが好ましく用いられる。例えば、マグネタイト、ヤーティ化鉄、フェライトなどの鉄、コバルト、ニッケル、マンガンなどの合金や化合物、そ

の他の酸性化合物などと共により酸性材料として知られているものである。その回路過濾器で、ケイ素元素を含有させたものが好んでよく使用される。なかでも、回路過濾器で、ケイ素又ケイ素の形でケイ素化合物を含有させることにより、ケイ素元素を含有させた四極酸化物が、特に好んでよく用いられる。

本発明において四極体中のケイ素元素の含有量は、次のような方法により求めることができる。

すなわち、例えば、50mlのピーカーに約3mlの酸イオン水を入れ、45~50℃になるようにウーラーパスや加温する。一方、約400~500mlの酸イオン水でスクリーとした酸性体（例えば酸性酸化物）約28gを、約328~50mlの酸イオン水で充填しながら、酸イオン水とともに上記50mlピーカー中に加える。

次に、磁石を約30℃、搅拌スピードを約200rpmに保ちながら、回路過濾器1272mlを加え、酸性体の初期を開始する。この通り、酸性

体濃度は約5g/l、磁石を初期は約3回定となる。酸性体が、すべて溶解して透明になるとまで操作した後、0.1メロメンブランフィルターで通過し、ろ液を採取する。このろ液中の酸元素及びケイ素元素の量を、プラズマ発光分光法（ICP）によって定量する。

ケイ素元素の含有量は、このプラズマ発光分光法による定量値にに基づいて次式により計算される。

ケイ素元素の含有量（%）

$$\frac{\text{ケイ素元素濃度 (mg/l)}}{\text{酸元素濃度 (mg/l)}} \times 100$$

このような酸性分子としては、遊離（SE日回による一次磁化）が0.08~3.8%（より好んでは0.1~1.0%）である酸性酸化物が好んでよく用いられる。小磁化（例えば平均磁化率9.0%以下の）トナーを生成する場合には、遊離0.08%以下の酸性分子を使用することが好んでよい。

この酸性分子の含有量は、（未発明酸性体に換

換して）、卓上体酸成物（酸性分子を含む）100ml中に、10~60ml（又には20~50ml）であることが好んでよい。

また、本発明に用いる（未発明）酸性体（例えば酸化物）のDFT比磁回転は、0.5~2.0m°/Gが良く、特に、2~20m°/Gであることが好んでよい。

本発明に用いるケイ素元素含有酸性体の好んでよい回路過濾器の酸性酸化物について、以下にやや詳しく説明する。

すなわち、DFT磁化回転中のF0.5°/F0.1°の比が3.0~10.0（より好んでは4.0~6.0）に回路された酸化DFT磁化回転に、ケイ素化合物を添加し、ついで卓上以上のアルカリで中和して水酸化DFT磁化回転を初、この水酸化DFT磁化回転を経ることにより、ケイ素元素を含有する酸性酸化物が回路される。

この場合、生成した酸性酸化物分子が、ケイ素元素を分子の負荷ないし中心部に有し、磁化分布が良くない且つ分散性が優れている分子である。

が本発明むらにより知見されている。

更に、過濾電子回路酸化物による回路によれば、ケイ素成分を含有した酸性酸化物分子が、主に八面体酸化物分子から構成され、四面体分子を殆ど含まないのも本発明むらにより知見されている。

酸化DFT磁化回転のDFT磁化回転を、卓上以上のアルカリ水溶液で中和して得た水酸化DFT磁化回転を、8.0%以上、好んでは、7.5~8.5%の過濾電子回路過濾酸化をし、酸性酸化物を回路する方法に於て、51/F0の卓上比で0.05~1.5回転となるようにケイ素化合物を酸化反応又は酸化反応初期に添加する事により、磁化分布の歪れた、分散性の強化された酸性酸化物が生成される。生成した酸性酸化物は、次いで塩酸を除去し、100~150℃で乾燥することにより、分子形状の均質な粉末として得られる。

生成する酸性酸化物分子の大きさは、第一級均一化回転中のF0.5°/F0.1°の比によって、容易に制御可能である。

アルカリを用いて反応させて水酸化第一鉄を生成させ、生成した水酸化第一鉄を酸化して磁性酸化鉄を製造する場合、生成した水酸化第一鉄スラリー濃度は、30%以上であることが好ましい。この場合においては、水酸化第一鉄の粒度は、水酸化第一鉄の粒度によって生成した磁性酸化鉄の粒度が異なる。

磁性酸化鉄粒子が、八面体形状以外の形状の粒子を多段含む傾向があり、好ましくないからである。一方、アルカリを過剰に加えた場合には、粒度分布が広くなる傾向がある。したがって、粒度分布をシャープに維持し、八面体形状粒子を多段形成するためには、水酸化第一鉄スラリーのpHが9以上（より好ましくは10以上）であり、且つ使用するアルカリは、第一鉄塩1当量あたり1.10当量以下（より好ましくは1.05当量以下）となるように反応を調整することが好ましい。

追加するケイ酸化合物の量は、第一鉄塩中の鉄元素に対し（Si/Pの比として）、0.05重量%未満では望ましい粒子特性の改善効果が弱

い。

尚、上記過剰に用いるケイ酸化合物としては、市販のケイ酸ソーダ等のケイ酸塩類、ケイ酸塩類の加水分解等で生じるソル状ケイ酸等のケイ酸が例示される。本発明に用いるケイ酸塩類は、シリカ、硫酸アルミニウム、アルミナ等のその他過剰剤を加えても良い。

第一鉄塩としては、一般的に、硫酸チタン製造に副生する硫酸鉄、鋼板の表面洗浄に伴って副生する硫酸鉄の利用が可能であり、更に塩化鉄等の利用も可能である。

水溶被法による磁性酸化鉄の製造方法においては、一般に、反応時の粘度の上昇を防ぐ点、及び、硫酸鉄等の第一鉄塩の溶解度から鉄濃度0.5~2.001/mが好ましく用いられる。一般に、硫酸鉄の濃度が低いほど製品の粒度が細くなる傾向がある。又、反応に関しては、空気量が多い程、そして反応温度が低いほど微粒化し易い傾向がある。

次に、上述したケイ素含有磁性体を、カップリング剤で処理する方法について述べる。

本発明に用いる表面処理磁性体は、以下のような方法により得ることが好ましいが、下記の方法に限定されるものではない。

（第1法）

トルエン、キシレン、ベンゼン等の溶剤中で磁性体を処理し、処理した磁性体を単量体組成物中に加える方法

(i) これらの溶剤中に磁性体を分散してスラリー状とし、分散後のスラリーにカップリング剤を加え、加温してカップリング剤処理をする。

処理終了後、溶剤を濾別、又は濾別なしに蒸発されて除去することにより処理磁性体を得る。

(ii) カップリング剤を先に溶剤に溶解せしめ、後にこの溶被に磁性体を添加・分散し加温処理して処理磁性体を得る。

これらの(i)~(ii)の方法における反応温度は、50~100°Cであることが好ましく、反応時間は3~120分程度であることが好まし

い。

（第2法）

混合性单量体中で磁性体を処理する方法

(a) カップリング剤を加えた混合性单量体中に磁性体を加えてスラリー状とし、攪拌下に加温し、カップリング剤処理をする。

(b) 磁性体を混合性单量体中に分散したスラリーにカップリング剤を添加し、加温下に処理をする。

上記(i)~(ii)の方法においては、反応温度は50~80°Cであることが好ましく、反応時間は5~60分程度であることが好ましい。

上述した第1法と第2法との方法において、コスト的な点、および処理後の磁性体の収量が容易な点からは、「第2法」の方法がより好ましい。

本発明においては、上記のように処理した磁性体の混合性单量体系中の分散が良好であり、また、処理剤自体の親油性が強いという特性から、

歯冠調性体の歯冠界面への移行が少なく、歯内内で均一に分散した早発体歯成物粒子が切られ、更には、歯冠体合歯が充質的に均一で、歯内充質特性の良好な歯冠トナーが切られるものと推定される。

本発明においては、上述したようにタップリング面で切削した歯の調性体の調和性の確認は、イオン交換水に対する接触角として、凸面(20~29°)で、70~180°、凹面(又には80~150°、凸面)であることが好ましい。

本発明において、歯冠調性体の接触角は、以下の方法により測定される。

すなわち、調和の方法により切られた歯冠調性体を含むスクリューを、ガラス板上に均一に並べし、その斜面を、又は凸面を測定することにより、初期又は早発体を確認せしむ。このようにして切られた歯冠調性体からなる歯口に、イオン交換水滴を、本凸面が約1~200になるようにして落とし、凸面(20~29°)で上記歯口とイオン交換水との接触角を国際科学研究所社、接触角

が、3~60分が好ましい。

歯冠工冠時の歯凸は、早発体歯成物が粒径1~100万cps(センチボリズ)、好ましくは10~10万cpsになる凸面に当面すると、早発体歯成物粒子の粒径を1~20μmにすることがで、且つ的には且つ平均粒径1~20μmの成物用トナーを回遊し得る。歯状分段樹脂としては歯冠水滴たは水を主成分とする本樹脂体を採用するため、分段凸の歯凸は、20~80°(又には40~70°)に回遊されていることが好ましい。

分段凸においては、早発体歯成物100粒以上に対して、歯状分段樹脂が200~1000粒以上存在することが好ましく、歯粉歯分段安定剤は、且つ歯早発体歯成物の歯凸を基面にして、1~20粒以上(又には1~10粒以上)配置されることが好ましい。

次に、回遊した歯冠調性体とともに早発体歯成物を形成する各成分について説明する。

計を用いて測定する。

以上において本発明の早発体歯成物中に含有される調性体について説明したが、本発明においては、凸面に応じて(本発明の目的に反しない範囲で)、他の歯色剤(例えば松井公知の歯團料をいい、本歯冠調性体をも包含する歯口で用いる)を早発体歯成物中に含有させてよい。この「他の歯色剤」の早発体歯成物中の含有量は、本発明に用いる歯冠調性体(本歯冠調性体に含有して)100gに対して、10g以下(又には5g以下)であることが好ましい。

本発明において、上述したような歯冠調性体を含有する早発体歯成物を本性分段樹脂体中で遊走するに当面しては、例えば凸面回遊するターピンとステーラーをもつねモミキサー、ネモクナイサー等により回遊せしめる。一般に、早発体歯成物粒子が30μm以下の大きさを有する間に回遊回数、時間回遊することが好ましい。回遊数は、ターピンの周速が10~300/secとなるように用いることが好ましく、回遊時間は特に規定はない

本発明で使用される混合性早発体は、CH₂-C₂基を有するモノマーであり、以下のモノマーがあげられる。すなわち、ステレン、ローメタルステレン、ローメタルステレン、ローメタルステレン、ローメトキシステレン、ローフュニルステレン、ロークロルステレン、3、4-ジクロルステレン、ローエチルステレン、3、4-クメチルステレン、ローカーブタルステレン、ローカーブタルステレン、ローカーヘキシルステレン、ローカクチルステレン、ローノニルステレン、ローローデシルステレン、ローロードデシルステレン、早のステレンおよびその誘導体:エチレン、プロピレン、ブタレン、イソブチレンなどのエチレン不飽和モノオレフィン類;塩化ビニル、塩化ビニリデン、臭化ビニル、フッ化ビニルなどのハロゲン化ビニル類;硝酸ビニル、プロピオキシビニル、ベンゾエキビニルなどのビニルエスチル類;メタクリル酸メタル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、メタクリル酸カーボン酸メタル等。

ブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸ヨーオクチル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸-2-エチルヘキシル、メタクリル酸ステアリル、メタクリル酸フェニル、メタクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸ジエチルアミノエチルなどのローメチレン脂肪族モノカルボン酸エステル類；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ヨーブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸ヨーオクチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸ヨーエチルヘキシル、アクリル酸ステアリル、アクリル酸ヨーエチルエチル、アクリル酸フェニルなどのアクリル酸エステル類；マレイン酸、マレイン酸ハーフエステル；ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル、ビニルイソブチルエーテルなどのビニルエーテル類；ビニルメチルケトン、ビニルヘキシルケトン、メチルイソブロベニルケトンなどのビニルケトン類；N-ビニルビロール、N-ビニルカルバゾール、N-ビニルインドール、N-ビニルピロリドンなどのN-ビニル化合物；ビニ

ルナフタリン類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリルアミドなどのアクリル酸もしくはメタクリル酸誘導などがある。これらのモノマーは、単独ないし混合して使用しうる。中でも、ステレン又はステレン誘導体を単独で、または他のモノマーと混合して重合性单量体として使用することが、トナーの成膜特性を含む耐久性の点で好ましい。

单量体組成物には、熱圧ローラ定着における定着性および耐オフセットを改善するため、バラフィンワックスの如きワックス類、低分子量ポリエチレン及び低分子量ポリブロビレンの如き低分子量ポリオレフィン等の難型性を有する低軟化点化合物（軟化点が好ましくは60～120℃）を加えることが好ましい。この場合、この低軟化点化合物の添加量は、重合性单量体100重量部に対して1～300重量部が好ましい。

低軟化点化合物としては、バラフィン、ワックス、低分子量ポリオレフィン、芳香族基を有する異性ワックス、脂環基を有する炭化水素化合物、

天然ワックス、炭素数12以上の長鎖炭化水素類(C_{12} 、 C_{13} 又は C_{14} 以上)の脂肪族炭化水素類を有する長鎖カルボン酸、そのエステル等を例示し得る。異なる低軟化点化合物を混合して用いても良い。

この低軟化点化合物としては、具体的には、バラフィンワックス(日本石油製)、バラフィンワックス(日本精錬製)、マイクロワックス(日本石油製)、マイクロクリスチルワックス(日本精錬製)、硬質バラフィンワックス(日本精錬製)、PE-130(ヘキスト製)、三井ハイワックス110P(三井石油化学製)、三井ハイワックス220P(三井石油化学製)、三井ハイワックス660P(三井石油化学製)、三井ハイワックス210P(三井石油化学製)、三井ハイワックス320P(三井石油化学製)、三井ハイワックス410P(三井石油化学製)、三井ハイワックス420P(三井石油化学製)、異性ワックスJC-1141(三井石油化学製)、異性ワックスJC-2130(三井石油化学製)、異性ワ

クスJC-4020(三井石油化学製)、異性ワックスJC-1142(三井石油化学製)、変性ワックスJC-5030(三井石油化学製)；蜜ロウ、カルナバワックス、モンタンワックス等を挙げることができる。

单量体組成物中には、架橋重合体を生成させるために、次のような架橋剤を存在させて重合してよい。特に、单量体組成物中に後述するような(極性)重合体、共重合体又は環化ゴムを添加しない場合には、特に、このような架橋剤を添加した方が好ましい。

この架橋剤としては、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレン、ポリエチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、1,3-ブチレングリコールジメタクリレート、1,6-ヘキサングリコールジメタクリレート、ネオペンチルグリコールジメタクリレート、クロロビレングリコールジメタクリレート、ポリプロビレングリコールジメタクリレート、2,2'-ビ

ス(4-メタクリロキシフェニル)プロパン、3,3'-ビス(4-アクリロキシフェニル)プロパン、トリメタロールプロパントリメタクリレート、トリメタロールプロパントリアクリレート、テトラメタロールメタンテトアクリレート、クロロムホカベンタルグリコールクメタクリレート、タル酸アリルなど、一日の充填量を過量(必要に応じて2倍以上配合して)用いることがでり。

これら口端部は、使用量が多過ぎるとトナーが熱で溶けにくくなり発泡性、又は熱圧定形性が劣ることとなる。また使用量が少な過ぎると、トナーとして必要な封鎖性、耐久性などの性質が悪くなり、熱ロール温度において、トナーの一部が熱に発生に因るしないでローター口面に付着し、次の段に嵌入するというオフセット現象を防ぐことができにくくなる。故に、これらの口端部の使用量は、混合性早発性を考慮に対して0.001~1.5質量(より好むしくは0.1~1.0質量)で使用するのが良い。

この充填量を0.8~2.0質量の範囲でトナー中に配合してもよい。またトナー粒子相互の回転を防止して成形性を向上するために、テフロン等粉立たずスチアリン酸早発性のような成形性向上剤を配合してもよい。

本発明者らの知見によれば、本発明の混合開始剤を使用した場合、生成される混合トナーは成形性が低下し、過度に過度ににおける混合性および封鎖性が劣化してしまって、成形性に優れた混合トナーを形成するためには、実質的に成形性の混合開始剤を使用することが好むしい。

本発明に使用される混合開始剤は、実質的に成形性である以上述の如く好むしい。本発明における混合性に成形性の混合開始剤とは、口面にて本100gに対して1g以下の初期量を有するものであり、好むしくは本100gに対して0.5g以下、尚に好むしくは本100gに対して0.2g以下の低初期量を有するものである。混合開始剤が本100gに対して1gを越える初期

量を有する場合は、上述した成形性の他に、必要に応じて他の白色剤を含有してもよい。この白色剤としては、從来より知られている熱剤、カーボンブリッカ、カーボンブリッカの混合を用意で配合しているグラフト化カーボンブリッカの粒状物が(必要に応じて2相以上配合して)使用可能である。このような白色剤、混合性早発性を基準にして0.1~3.0質量が含まれる。

トナー中には、必要に応じて可湿性印刷、吸油性吸油剤を配合(内包)しても良いが、吸油剤を内包(内包)しても良いが、内包する場合は、通常、可湿性印刷等を早発性成形中に内包すればよい。可湿性印刷および吸油性吸油剤は、トナー粒子と混合(外包)して用いても良い。

可湿性印刷としてはカルボニル基又は含有元素を有する有機化合物の混合物、混合油墨、ニクロシン等がある。吸油性吸油剤としては混合相溶性(感光体)混合のクリーニング助剤としてはコロイダルシリカ、可湿性混合油墨などがある。又、均量の目的で成形カルシウム、微粉状シリカ

を有する場合には、混合感光性に混合トナー粒子内に残存する混合開始剤の分離生成物が、混合トナーの初期性を低下させるので好むしくない。また、本発明で使用する混合開始剤は混合性早発性に可湿であり、通常配合する量(100質量体100質量に對して混合開始剤1~10質量)では良好に混合性早発性に初期する初期性を有することが好むしい。

このような混合開始剤としては、2,2'-アソビス-(3,4-クメタルバレロニトリル)、2,2'-アソビスイソブリオニトリル、1,1'-アソビス(シクロヘキサン-1-カルボニトリル)、2,2'-アソビス-4-メタキシ-2,4-クメタルバレロニトリル、その他のアソビスイソブリオニトリル(AIBN)の如アソビス立たずアソビス混合開始剤:ベンゾイルバーオキサイド、メタルエタルケトンバーオキサイド、イソブロピルバーオキシカーボキート、タコメンハイドロバーオキサイド、3,4-クロリルベンゾイルバーオキサイド、タクロイルバーオキサイ

ドの細き過酸化物共合開始剤が挙げられる。

また、混合体の分子量および分子量分布を調査する目的で、立たは反応時間や回数する目的で、二相混合たはそれ以上の混合開始剤を混合して使用することも好ましい。

混合開始剤の使用量は、混合性早発性100重量に対して0.1~3.0重量、併立しくは1~10重量である。この併用量が0.1重量未満では、早発性過酸化物分子へ均等に充分な量の混合開始剤を分散立たは付与することが困難であり、一方、3.0重量を越えると、混合生成物の分子量が過くなり過ぎるとともに、混合反応が不均一に発生する傾向が高まる。

このような混合開始剤は、早発性過酸化物を過量した後に、早発性過酸化物分子を含む分散液に添加することも可能であるが、早発性過酸化物分子を均等に混合開始剤を分散しない付与する点から、過酸化物の早発性過酸化物中に分散させておくことが好ましい。

通常混合反応は、通常混合反応80℃以上で行

なわれ、混合開始剤の分散反応を考慮して上記温度が設定される。設定混合温度が高すぎると、混合開始剤が急速に分散されてしまうので好ましくない。

本発明においては、例えば、導入された早発性過酸化物分子が所定温度を有していることを確認した後に、過酸化物分子を含む混合開始剤の温度（例えば55~70℃）を回復して混合反応を進めること。

又、早発性過酸化物に、併用剤として、混合する混合性早発性に併用する活性剤を有する活性混合体、活性共混合体立たはローラーゴムを併用して混合性早発性を混合すると、好ましい混合トナーを得ることができる。

上記活性混合体、活性共混合体立たはローラーゴムは、混合性早発性100重量に対して0.5~5.0重量、併立しくは1~4.0重量を併用することが好ましい。この併用量が0.5重量未満では、充分な回復タッセル効率をとることが困難く、一方、5.0重量を越えると、混合性早発性の量が不足して、混合トナーとしての効能が低

下する傾向が強くなる。

活性混合体、活性共混合体立たはローラーゴムを併用した混合性早発性過酸化物は、該活性混合体立たは活性混合性のローラー立たは活性安定剤を分散せしめた活性混合体の本體中に混合させ、混合させることが好ましい。即ち、混合性早発性過酸化物中に混合されるカチオン性又はアニオン性混合体、カチオン性又はアニオン性共混合体立たはアニオン性ローラーゴムは、本性混合体中に分散している活性混合性のアニオン性又はカチオン性のローラー立たは活性安定剤とトナーとなる粒子表面で即時に引き合い、粒子表面をローラー立たは活性安定剤が囲うことにより、粒子同士の合一を防げ、安定化せしめる。これに加え、併用した活性混合体、活性共混合体立たはローラーゴムがトナーとなる粒子表面に立たるか、一般的の例のような形態となり、得られた粒子は球形的なカプセル状の構造を有する形となる。そして、粒子表面に立たった比較的大分子量の活性混合体、活性混合体立たはローラーゴムは、トナー粒子にプロテクティング性、吸着性、界面活性性、耐摩擦性等の優れた性

質を付与する。

本発明に併用し得る活性混合体（以下においては、活性共混合体及びローラーゴムを包含する混合で用いる）及び活性を有する分散剤の一例を以下に例示する。即ち、活性混合体はO.P.Cで固定した重量平均分子量が8,000~800,000のものが、混合性早発性に良好に併用し、且つ耐久性も有するので好ましく併用される。

(1) カチオン性混合体としては、ウツチルアミノエチルメタクリレート、ウツチルアミノエチルアクリレート等の早発性早発性の混合体、ステレンと混合性早発性との共混合体もしくはステレン、不飽和カルボン酸エステル等と混合性早発性との共混合体がある。

(2) アニオン性混合体としてはアクリロニトリル等のニトリル系早発性、活性ビニル等のカーボン系早発性、アクリル酸等の不飽和カルボン酸、不飽和二級脂肪、不飽和二級脂肪のローラーの混合体もしくは共混合体、立たはステレンとこれらの早発性との共混合体がある。立たは、ローラーゴム

6 アニタノ怪口合体として使用され初る。

因紹立分量定則としては、本種個体の幼虫口
状幼体中で卓立幼虫の口器子を分離定化する能
力を有し、本に回向能の口器幼虫が好立しく用
いられる。本種個体中の分離則の幼虫卓立、本
を西印として、0.1~8.0日目時（より好立し
くは1~3.0日目時）でみることが好らしい。

(111) アニキン鉛筆販売としては、ユーログラ
ス 200、0300(日本エロカル社団)、ニ
ブシールE-220A(日本シリカ社)、ファイ
ンシールT-33(箱山口社団)のコロイダル
シリカが有名。

(iv) カテオン錯合反応としては酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、カップリング開始剤によるアミノアルキル化合物コロイダルシリカの酸化反応性シリカ反応がみる。

四、本見明のトナーの因辺方針においては、自用本分販賣宣傳を用いることが好らしいが、必ずしも専門販賣とともに用いる品目はなく、立た、専門販賣と自用本分販賣中で同一品目を有する

専門未分岐安定則を使用する場合に口述されない。

立た、過度な安定化剤、例えばカリビニルアルコール、ゼラチン、メチルセルロース、メチルヘイドロプロピルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロースのナトリウム塩、カリアクリルのおよびそれらの塩、デンプン、ガムアルギン酸塩、ゼイン、カゼイン、リン酸三カルシウム、タルク、凹凸パリクム、ペントナイト、本鉱化アルミニウム、本鉱化鉄2級、本鉱化チタン、本鉱化トリウム等のいずれか1種立たせ混合を、本發明トナーの凹凸方柱に屈形凹を有しない程度に、本鉱團体中に充満させたものを使用して下さい。

又、当部分は安定剤の均一な分配のため、界面活性剤を本剤中の界面活性剤に選択するか又は界面活性剤に併用してもよい。これは上記部分は安定剤の所用の作用を促進するためのものであり、その具体的としては、ドテシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、テトラデシル四級ナトリウム、

塗体中に添加することは、アニオン性亜合体、アニオン性共亜合体などは硫化ゴムの結果をより高める上で、有利である。

反応局了後、過剰の方性で吸着剤することにより重合トナー粒子が得られる。例えば、生成した重合体粒子を旋流、扇形双分離装置の離心を行った後、ろ過、デカンテーション、過心分離などの如き適当な方法により回収し、乾燥することにより、固形トナーが得られる。

以上においては、自己した活性磁性体を自己活性によるトナーに用いているが、この活性磁性体は、上記自己トナー以外にも、防歎トナー、マイクロカプセル体によるトナー等の色々のトナーを得る際にも好適しく用いることができる。

政治の發展

上記したように本発明によれば、前記のケイ素元が含有量を有する酸性体であって、且つシランカップリンタ開発してなる酸性体を有する且酸性体酸化物を、酸化結合してなる酸性トナーが提供される。

ベンタジル四回ナトリウム、オクタル四回ナトリウム、アリルーアルキル-ボリエーテルスルホン四回ナトリウム、カレイン四回ナトリウム、タクリン四回ナトリウム、カブリン四回ナトリウム、カブリル四回ナトリウム、カブロン四回ナトリウム、スタアリン四回カリウム、カレイン四回カルシウム、3.3-クスルホンクフェニル尿素-4.4-クアゾーピス-アミノ-8-ナフトール-8-スルホン四回ナトリウム、オルト-カルボキシベンゼン-アソ-クメタルアニリン、2.2.3.3-テトラタカルトリフュニルメタン-4.4-クアゾーピス-8-ナフトール-クスルホン四回ナトリウム、その力を弱めることができるのである。しかしながら、国水性の四回青斑創立した経尿四回性創を併用した場合には、口合トナーの附着性が低下する傾向があることに留意する必要がある。

早急に凸凹中の活性立合体立たばく化アルの活性凸のイオン化を高めひたぬに、活性の印リブレンステッド酸を活性酸素へ印加することも好らしい。特に、活性の印リブレンステッド酸を活性

本発明の特徴トドケーは、
の高い分散性に基づき、均一な導電性電性を示
し、回復速度が高く安定した回復を与えること
ができる。

以下、本発明 製造例、実験例に基づいて更に
具体的に説明するが、これらの実験例は本発明を
なんら限定するものではない。

実験例

ケイ素元素を有する磁性酸化鉄粉の製造例を以
下に示す。

(製造例1)

硫酸第一鉄53kgを50Lの水に溶解し、高圧
で加熱して40℃以上の液温を維持しながら、鉄
濃度2.4モル/㍑の溶液を作出し、空気を吹き
込みながら、溶液中のFe²⁺(II)/Fe³⁺(III)の
比を50に調整した。SiO₂品位28%のケイ
酸ソーダ560g(SiO₂換算値156.8
g)を13Lの水に溶解し、溶解しての調整をし
た後、前記硫酸第一鉄溶液に添加し、ケイ酸成分
含有の硫酸第一鉄溶液とした。

製造例1で、Fe²⁺(II)/Fe³⁺(III)の比、ケ
イ酸ソーダの添加量、中和時の残留苛性ソーダ濃
度をそれぞれ後記第1表のように代えた以外は、
製造例1と同様にして、製造例2~4の磁性酸化
鉄を得た。第1表に示すようなBET比表面積を
有する磁性酸化鉄が得られた。

(比較製造例1)

製造例4において、ケイ酸ソーダ水溶液を添加
しない以外は、製造例4と同様にして、磁性酸化
鉄を得た。得られた磁性酸化鉄中のケイ素元素の
存在率は鉄元素を基準として0.02重量%であ
った。

を用い、この溶液を上記で得たケイ酸成分含有の
硫酸第一鉄溶液に、機械的に搅拌しながら、
に添加して中和を行ない、水酸化第一鉄スラリー
溶液中の残留苛性ソーダが28/5となるよう調
整した。液温85℃を維持しながら、この水酸化
第一鉄スラリーを溶液に30ml/分の量の空気を吹
き込み、3回30分で反応を終了させた。

次に、このスラリーを通過後、乾燥して、
ケイ素元素を有する磁性酸化鉄を得た。得られた
磁性酸化鉄中のケイ素元素の存在率を前述したブ
ラズマ発光分光法により測定したところ、ケイ素
元素の存在率は、鉄元素を基準として0.72重
量%であった。

上記で得られた磁性粒子のBET比表面積は8
.4m²/gであった。また、この磁性粒子は、
透過型電子顕微鏡による観察測定から、平均粒径
0.25μmで、ほとんど球形粒子を含まない八
面体形状の粒子であった。

(製造例2~4)

第1表

	製造条件		物性
	Fe ²⁺ (II)/ Fe ³⁺ (III)	ケイ酸ソーダの 添加量 (Si/Fe ₂₊ 0.96に 換算して)	BET比表面積 (m ² /g)
製造例1	50	0.5	NaOH 2g/L 0.4
製造例2	60	0.4	同上 0.0
製造例3	80	0.3	同上 0.8
製造例4	100	0.2	同上 10.0
比較 製造例1	100	0	同上 0.0

・溶液中の鉄元素がすべてFe₂₊O₄の形をとっていると仮定して計算
した値。

<処理磁性体-1>

ステレンモノマー	100部
製造例-1の磁性体	100部
メチルトリエトキシシラン	1部
上記外方の各成分を70℃に加熱しつつ、超 音波分散器(10kHz, 2000W)にて30分間攪 拌分散	

押し、その後7.0℃で30分静置して、本発明に用いる「海冠凹性体-1」のスタリーを切た。

上記により切た海冠凹性体スタリーをガラス板上に1~2mmの凹凸となるように並べし、風乾して海冠凹性体からなる凹凸を切た。

20~25℃で、この凹凸にイオン交換水を、本発明の凹凸が2mmとなるように溝下した後、18

分後の初期角を国際科学機械会社、初期角計により測定したところ、130°であった。

ステレンモノマー	15口
カーボタルアクリレートモノマー	15口
乳化ゴム	8口
(アルベックスCK-490、ヘキスト社)	
ダントロンE-01	2口
(東京凹性体工業、カリエント化学工業 社)	
バタフィンワックス185°F	8口
(日本昭和ラバ社)	
上記で切た海冠凹性体-1 (スタリー状)	140口

クム初回で発見してアミノ酸性シリカを初期除去し、又に、本液、液体、乾燥して、凹性トナーを切た。

このようにして切た凹性トナー凹凸を対応凹子凹凸組(SHM)で凹向したところ、該トナー凹凸に凹性体は認められなかった。

また、この凹性トナーの体積平均径は7.5μm(100μmのアバチャーラーを使用してコールタカウンターで測定)であった。この凹性トナーを凹凸分凹組を用いて、体積平均径が、それぞれ11μm、4.5μmとなるように分凹した後、それぞれの直径のトナー中の凹性体含有量を、筒天秤(300℃に加熱した)で測定したところ、いずれも、37.3±1%の範囲内であった。

同上により切た凹性トナー(分凹口のもの)トナー100凹凸組と、凹性シリカ(タラノックス-500、タルコ社)0.6凹凸組とを組合して凹凸組とした。

この凹凸組を用い、チャノン凹凸写真HP-1A 550で凹出(凹凸組成テスト)を行ったとこ

上記双方の組成を7.0℃に加温し、TK中モキタラー(神戸化工段)で7000rpmで15分回転した。

この混合液の凹凸を80℃にした後、この混合液に、2.2°-アゾビス-(2.4-クメタルバレニトリル)5.0を組加して発押し、卓立体組成物を回転した。

アミノ酸性シリカ(日本エロワール社)エロワール0200の100凹凸組と、アミノプロピルトリエトキシシラン5凹凸組で海冠したものの)8凹凸組と、0.1N氷酸3.5凹凸組と、イオン交換水800凹凸組とを合せ80℃に加温された本性体中に、上記で切た卓立体組成物をTK中モキタラー組下に投入し、投入量10,000rpmで15分回転して、卓立体組成物を過温した。更に過温をパドル刃回転に定めて、60℃で10回回転し、卓立体組成物の混合を充満させた。

得られた混合体粒子を含む本性体を20℃に冷却した後、混合体粒子を別別し、水溶化ナトリ

ウム初回で発見してアミノ酸性シリカを初期除去し、又に、本液、液体、乾燥して、凹性トナーを切た。

実施例3

〈海冠凹性体-2〉

ステレンモノマー	100部
凹凸組-2の凹性体	100部
ビニルトリメトキシシラン	1部

上記双方の各組成を前記「海冠凹性体-1」の組成と同様にして組合して、「海冠凹性体-2」を得た。この海冠凹性体-2を用い、同上にしてイオン交換水に対する初期角を測定したところ、131°であった。

実施例1の「海冠凹性体-1」に代えて、上記で切た「海冠凹性体-2」を用いた者は、実施例1と同様にして卓立体組成物を回転し、過温し、混合した後、同上に凹凸、乾燥、液体、乾燥を行ない凹性トナーを切た。

更に、上記トナーを用い、実施例1と同様にし

て現像剤を得、N P - 7 5 3 0 で固出しを行ったところ、固質、濃度ともに良好な固像が得られた。

実施例3

〈処理磁性体-3〉

トルエン	100部	重量平均分子量Mw = 40,000)
製造例-3の磁性体	100部	バラフィンワックス155°F 8部
ビニルトリメトキシシラン	1部	(日本精ろう社製)
上記处方の成分を、前記処理磁性体-1と同様にして加熱、超音波分散、D型処理を行った。		処理磁性体-3 70部
その後、トルエンを真空乾燥機で取り除き、		(トルエン除去後)
「処理磁性体-3」を得た。		上記处方の成分を70℃に加熱し、TKモモキサー-(精良電化工業)で7000 rpmで15分間攪拌した。
この「処理磁性体-3」を用い、前記と同様にして接触角を測定したところ、129°であった。		この混合液の液温を60℃にした後、この混合液に2,2'-アソビス-(2,4-クメチルバレニトリル)5gを添加し、单量体組成物を調製した。
ステレンモノマー	85部	日本エロクール社製エロクール番200を5重量部と、イオン交換水600重量部とを含む60℃に加熱された水性液体中に、上記单量体組成物をTKモモキサー攪拌下に投入し、投入後10,000 rpmで15分間分散し、单量体組成物を過剰した。以下実施例1と同様にして、この单量体組成物を重合して磁性トナーを得た。
ローブチルアクリレート	15部	得られたトナー100重量部に、アミノ変性シリコーンオイルで処理された正荷電性環水性コロイダルシリカ0.6重量部を加え、混合して現像剤とした。
ステレン-クメチルアミノエチル		この現像剤を用い、キャノン製複写機N P - 3525で固出しを行ったところ、固質、濃度ともに良好な固像が得られた。
メタクリレート共重合体	10部	実施例4
(共重合比90:10、		〈処理磁性体-4〉

リコーンオイルで処理された正荷電性環水性コロイダルシリカ0.6重量部を加え、混合して現像剤とした。

この現像剤を用い、キャノン製複写機N P - 3525で固出しを行ったところ、固質、濃度ともに良好な固像が得られた。

実施例4

〈処理磁性体-4〉

ステレン	100部	バラフィンワックス155°F 8部
製造例-4の磁性体	100部	(日本精ろう社製)
ステアリルトリメトキシシラン	1部	処理磁性体-4 140部
上記处方の成分を「処理磁性体-1」の処理と同様に処理して、「処理磁性体-4」を得た。		(スラリー状)
この「処理磁性体-4」のイオン交換水に対する接触角は、142°であった。		上記处方の成分を実施例3と同様に処理してトナーを得た。
ステレンモノマー	15部	このトナーを用い、実施例3と同様にして固出しを行ったところ、固質、濃度ともに良好な固像が得られた。
ローブチルアクリレートモノマー	15部	比較例
ステレン-クメチルアミノエチル	10部	ステレンモノマー 100部
メタクリレート		比較製造例-1の磁性体 100部
(共重合比90:10、Mw = 40,000)		メチルトリエトキシシラン 1部

上記处方の成分を「処理磁性体-1」と同様に処理して処理磁性体を得た。この処理磁性体のイオン交換水に対する接触角は50°であった。

上記処理磁性体を用いた他は、以下実施例4と同様にして磁性トナーを得た。

この磁性トナー表面をSEMで観察したところ、表面に磁性体が見られた。この磁性トナーの

体積平均径は 11.0 μ m で、ブロードな粒度分布であった。この磁性トナーを風力分級機を用いて、体積平均径 11 μ m、および 7.3 μ m に分級し、熱天秤でこのように分級されたトナーの磁性体含有量を測定したところ、体積平均径 11 μ m のトナーにおいては 3.9% であり、一方、体積平均径 7.3 μ m のトナーにおいては、3.4% であった。

上記磁性トナー（分級前）を用いた他は、実施例 4 と同様にして選出しを行ったところ、選れた四値であって、粒度も薄いものしか得られなかつた。

出版人代理人 著者 東京大学

